

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-228535

(43)Date of publication of application : 16.08.1994

(51)Int.Cl. C09K 3/10
C04B 41/64
C04B 41/84
C08G 77/14
C08G 77/28
C09K 3/18

(21)Application number : 05-034735

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 29.01.1993

(72)Inventor : ONO ICHIROU
SHIMAZAKI YOSHINOBU
ICHINOHE SEIJI

(54) IMPREGNATING WATERPROOFING COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a new impregnating waterproofing compsn. which is excellent in adhesion to a topcoating or sealing material and hence is useful for treating concrete, mortar, brick, tile, etc.

CONSTITUTION: The compsn. contains, as the main components, 70-99 pts.wt. organosilicon compd. of the general formula: $R_1aSi(OR_2)b(OH)cO(4-a-b-c)/2$ (wherein R_1 is a 1-18C monovalent hydrocarbon group; R_2 is a 1-4C monovalent hydrocarbon group; and $0.2 \leq a \leq 1.5$, $1 \leq b \leq$, and $0 \leq c \leq 1$ provided $1 < a+b+c \leq 4$) and 30-1 pt.wt. organosilicon compd. of the general formula: $R_3SiR_4d(OR_5)e(OH)rO(3-d-e-f)/2$ (wherein R_3 is a monovalent org. group having an epoxy or mercapto group; R_4 and R_5 are each a 1-4C monovalent hydrocarbon group; and $0 \leq d \leq 2$, $1 \leq e \leq 3$, and $0 \leq f \leq 1$ provided $1 < d+e+f \leq 3$).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.06.1995

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2774038

[Date of registration] 24.04.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-228535

(43)公開日 平成6年(1994)8月16日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 3/10	G			
C 0 4 B 41/64				
41/84	B			
C 0 8 G 77/14	NUG	8319-4 J		
77/28	NUJ	8319-4 J		
審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 13 頁) 最終頁に続く				

(21)出願番号 特願平5-34735

(22)出願日 平成5年(1993)1月29日

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 小野 猪智郎

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料

技術研究所内

(72)発明者 嶋崎 由亘

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料

技術研究所内

(74)代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 含浸性防水剤組成物

(57)【要約】

【目的】 本発明は仕上り塗材やシーリング材との接着性に優れていることから、コンクリート、モルタル、レンガ、タイルなどの処理用に有用とされる新規な含浸性防水剤組成物の提供を目的とするものである。

【構成】 本発明の含浸性防水剤組成物は、A)一般式 $R^1_a Si(OR^2)_b(OH)_cO_{(4-a-b-c)/2}$ (ここに R^1 は炭素数1~18の1価炭化水素基、 R^2 は炭素数1~4の1価炭化水素基、 a は0、 $2 \leq a \leq 1.5$ 、 b は $1 \leq b \leq 3$ 、 c は $0 \leq c \leq 1$ で $1 < a+b+c \leq 4$) で示される有機けい素化合物70~99重量部と、B)一般式 $R^3 SiR^4_d(OR^5)_e(OH)_fO_{(3-d-e-f)/2}$ (ここに R^3 はエポキシ基またはメルカプト基を有する1価の有機基、 R^4 、 R^5 は炭素数1~4の1価炭化水素基、 d は $0 \leq d \leq 2$ 、 e は $1 \leq e \leq 3$ 、 f は $0 \leq f \leq 1$ で $1 < d+e+f \leq 3$) で示される有機けい素化合物30~1重量部を主剤としてなることを特徴とするものである。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 A) 一般式 $R^1Si(OR^2)_b(OH)_{c04-a-b-c/2}$

(ここに R^1 は同一または異種の炭素数 1～18 の 1 価炭化水素基、 R^2 は同一または異種の炭素数 1～4 の 1 価炭化水素基、 a は $0.2 \leq a \leq 1.5$ 、 b は $1 \leq b \leq 3$ 、 c は $0 \leq c \leq 1$ で $1 < a + b + c \leq 4$) で示される有機けい素化合物 70～99 重量部、

B) 一般式 $R^3SiR^4_d(OR^5)_e(OH)_{f03-d-e-f/2}$

(ここに R^3 はエポキシ基またはメルカプト基を有する 1 価の有機基、 R^4 、 R^5 は同一または異種の炭素数 1～4 の 1 価炭化水素基、 d は $0 \leq d \leq 2$ 、 e は $1 \leq e \leq 3$ 、 f は $0 \leq f \leq 1$ で $1 < d + e + f \leq 3$) で示される有機けい素化合物 30～1 重量部、を主剤としてなることを特徴とする含浸性防水組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は含浸性防水組成物、特に仕上げ塗材やシーリング材との接着性に優れていることから、コンクリート、モルタル、レンガ、タイルなどの処理用に有用とされる含浸性防水剤組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 含浸性防水組成物についてはオルガノアルキルアルコキシシランまたはその加水分解、あるいはこのシランと加水分解性シリル基を有する他の有機けい素化合物との共加水分解物を主剤とするものが知られている(特開昭 63-256581号、特開昭 63-260879号、特開昭 63-265885号各公報、西独特許第 2,029,446号および第 2,258,901号明細書、米国特許第 4,433,013号および第 4,455,172号明細書参照)。

【0003】 この種の組成物は、コンクリート、モルタル、スレート、レンガ、タイル、瓦、石材、石膏などの無機系材料などをこれで処理すると、このものがこれら基材の細孔に含浸され、その細孔中で基材との結合を持ちながら、三次元化して耐久性のある防水層を形成するため、従来公知のエポキシ樹脂、アクリル樹脂、ウレタン樹脂などで作られた有機高分子系防水材料、またはメチルシリコネート水溶液系撥水材料にくらべて特に耐久性の優れたものとなることから、上記した無機系材料の防水処理剤として広く利用されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、このオルガノアルキルアルコキシシランまたはこれらの誘導体をベースとする含浸性防水剤は優れた特性を有するものの、これには仕上げ塗材を塗装する場合の仕上げ塗材との接着性が不十分であったり、シーリング材を施工する場合のシーリング材との接着強度が不十分であるという欠点があった。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明はこのような不

利、欠点を解決した含浸性防水剤組成物に関するものであり、これは A) 一般式 (1) としての $R^1Si(OR^2)_b(OH)_{c04-a-b-c/2}$ (ここに R^1 は同一または異種の炭素数 1～18 の 1 価炭化水素基、 R^2 は同一または異種の炭素数 1～4 の 1 価炭化水素基、 a は $0.2 \leq a \leq 1.5$ 、 b は $1 \leq b \leq 3$ 、 c は $0 \leq c \leq 1$ で $1 < a + b + c \leq 4$) で示される有機けい素化合物 70～90 重量部と、B) 一般式 (2) としての $R^3SiR^4_d(OR^5)_e(OH)_{f03-d-e-f/2}$ (ここに R^3 はエポキシ基またはメルカプト基を有する 1 価の有機基、 R^4 、 R^5 は同一または異種の炭素数 1～4 の 1 価炭化水素基、 d は $0 \leq d \leq 2$ 、 e は $1 \leq e \leq 3$ 、 f は $0 \leq f \leq 1$ で $1 < d + e + f \leq 3$) で示される有機けい素化合物 30～1 重量部、を主剤としてなることを特徴とするものである。

【0006】 すなわち、本発明者らは仕上げ塗材やシーリング剤との接着性の優れている含浸性防水組成物を開発すべく種々検討した結果、これについてはこれを一般式 (1) で示されるアルコキシシリル基および/またはシラノール基を有する A) 成分としての有機けい素化合物と、一般式 (2) で示されるエポキシ基またはメルカプト基とアルコキシシリル基および/またはシラノール基を有する B) 成分としての有機けい素化合物とからなるものとする、これらの各基が縮重合して共重合シロキサンを形成するので、これによればこの共重合シロキサンが無機系材料に固定されるのでこれに防水性が付与されると共に、この共重合シロキサンがエポキシ基またはメルカプト基を保持しているのが仕上げ塗料やシーリング剤と強固に接着することを見出し、この A)、B) 成分の構成、これらの配合比などについての研究を進めて本発明を完成させた。以下にこれをさらに詳述する。

【0007】

【作用】 本発明は含浸性防水剤組成物に関するものであり、これは前記した A) 一般式 (1) で示される有機けい素化合物 70～99 重量部と B) 一般式 (2) で示される有機けい素化合物 30～1 重量部とを主剤としてなることを特徴とするものであるが、このものはこれで無機系材料の表面を処理するとこの A)、B) 成分が反応してエポキシ基またはメルカプト基を含有する共重合シロキサンが形成されるので、これによって防水性が付与されると共に、これがエポキシ基またはメルカプト基を含有しているので仕上げ塗料、シーリング剤と強固に接着するという有利性が与えられる。

【0008】 本発明の含浸性防水剤組成物は前記した A) 一般式 (1) で示される有機けい素化合物と B) 一般式 (2) で示される有機けい素化合物とからなるものとされる。この含浸性防水剤組成物を構成する A) 成分としての有機けい素化合物は一般式 (1) としての $R^1Si(OR^2)_b(OH)_{c04-a-b-c/2}$ で示されるものであり、 R^1 が同一または異種の炭素数 1～18 の 1 価炭化水素基、特に

分中のエポキシ基またはメルカプト基によって仕上げ塗料やシーリング材との接着性が向上するという有利性が与えられる。

【0018】なお、この組成物を製造する際、前記した一般式(1)、(2)で示される有機けい素化合物は本質的に水に溶解しないので、この水溶液または水への分散液を調製するためには界面活性剤、加水分解触媒を添加することがよいが、この組成物に着色剤、安定剤、充填剤などを添加することは任意とされる。また、本発明の組成物についてはその安定性を損なわない範囲においてアルコキシシリル基またはシラノール基の硬化触媒、例えば有機酸金属塩、金属アルコキシド、金属キレート、有機アミン、第4級アンモニウム塩などを添加して

(吸水後のモルタル重量) - (処理前のモルタル重量)

$$\text{吸水率 (\%)} = \frac{\text{吸水後のモルタル重量} - \text{(処理前のモルタル重量)}}{\text{(処理前のモルタル重量)}} \times 100$$

【0020】(耐アルカリ性) 吸水率テストと同様の方法で調製したモルタル試験片を5%の水酸化ナトリウム

(7日間浸漬後のモルタル重量) - (処理前のモルタル重量)

$$\text{耐アルカリ性 (\%)} = \frac{\text{(7日間浸漬後のモルタル重量)} - \text{(処理前のモルタル重量)}}{\text{(処理前のモルタル重量)}} \times 100$$

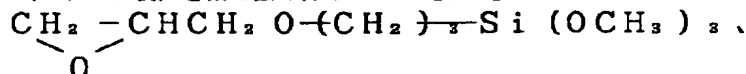
(遮塩性) (塩素イオン浸透深さ)

吸水率テストと同じ方法で調製したモルタル試験片を3%の食塩水中に28日間全面浸漬させたのち、取出し、割裂させた断面についてフルオレツセイン呈色反応を行なって塩素イオンの浸透深さを測定した。

【0021】(耐久性) 吸水率テストと同じ方法で調製したモルタル試験片をサンシャインウエザーメーター(スガ試験機製)中に1,000時間曝露させ、つづいて水道水中に28日間全面浸漬させた後の吸水率を上記した吸水率と同じ式を用いて算出した。

(浸透深さ) 吸水率テストと同じ方法で調製したモルタル試験片を割裂させ、断面に水をかけて撥水層部分の厚みを測定した。

【0022】(仕上げ塗材との接着性) JISモルタル(5×5×2.5cm)の片面(5×5cm)に含浸性防水剤組成物を有効成分量で100g/m²刷毛塗りし、25℃、50%RHの雰囲気下に1日養生したのち、各種仕上塗材を塗布し、7日間乾燥養生を行なったものと、さらに7日間水道水中に浸漬処理を行なった後1日乾燥したものの、2種類の試験体を作成したのち、この試験体の塗装面にカッターガイドを当てカッターナイフで2mm間隔の縦横6本ずつの線をモルタル面に達するまで引いて25個の基盤目を作り、セロテープ(ニチバン製)を指で強く押し



で示されるエポキシ基含有アルコキシシラン、式

もよく、これによれば被処理物の細孔中におけるこの組成物の加水分解、縮重合反応が促進されるという効果が与えられる。

【0019】

【実施例】つぎに本発明の実施例、比較例をあげるが、例中における被処理物の物性はつぎの方法による測定値を示したものである。

(吸水率) JISモルタル(5×5×2.5cm)の全面に、含浸性防水剤組成物を有効成分量で100g/m²刷毛塗りし、25℃、50%RHの雰囲気下に7日間養生したのち、水道水中に28日間全面浸漬させ、つぎの式で算出した。

水溶液中に7日間全面浸漬させ、つぎの式で算出した。

付け、真上方向に強く引きはがし、はがれずに残った基盤目の数を数えた。

【0023】(シーリング材との接着性) 吸水率テストと同じ方法で調製したモルタル試験片の片面(5×5cm)にプライマーを塗布し、室温にて1時間乾燥した。次にJIS A 5758引張吸着性試験2型と同様に2枚の試験片の間にシーリング材を充填し、前養生(20℃、55%RH 7日間)及び後養生(50℃、7日間)を行なって試験体を作成し、ついでこの試験体を用い下記の装置、条件で引張試験を行なった。

装 置: (株)東洋精機製作所 ストローグラフ R-3

引張速度: 50mm/分

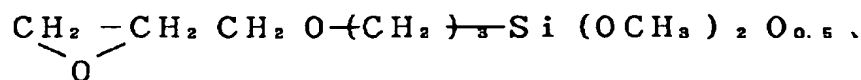
また、耐水性をテストするために上記後養生を行なった後に50℃の温水に7日間浸漬した後の引張試験も行なった。

【0024】実施例1～6

A) 成分の有機けい素化合物として式 $n\text{-C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OC}_6\text{H}_{13})_3$ で示されるアルキルアルコキシシランおよび式 $(\text{C}_{10}\text{H}_{21})_{0.5}(\text{CH}_3\text{O})_{2.17}\text{SiO}_{0.67}$ または $(\text{C}_8\text{H}_{17})_{0.5}(\text{CH}_3\text{O})_{2.0}\text{SiO}_{0.75}$ で示されるアルキルアルコキシシロキサンを使用し、またB) 成分の有機けい素化合物として式

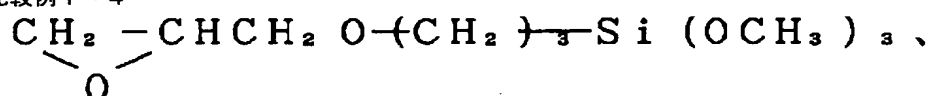
【化5】

【化6】



で示されるエポキシ基含有アルコキシシロキサンを、また式 $\text{HS}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ で示されるメルカプト基含有アルコキシシランを使用することとし、これらを第1表に示した量で混合し、これにイソプロパノール300gを添加して含浸性防水剤を作り、その物性をしらべたところ、後記する表3、4、5に示したとおりの結果が得られた。

【0025】比較例1～4



で示されるエポキシ基含有アルコキシシランを添加したが、この配合量がA)成分50重量部に対し、B)成分が50重量部と多いもの(比較例3)、さらにこのA)、B)両成分を全く添加しないもの(比較例4)を作り、

A)成分の有機けい素化合物として式 $n-\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ で示されるアルキルアルコキシシランまたは式 $(\text{C}_{10}\text{H}_{21})_{0.5}(\text{CH}_3\text{O})_{2.17}\text{SiO}_{0.67}$ で示されるアルキルアルコキシシロキサンを使用したが、第2表に示したようにB)成分を添加せず、イソプロパノール300gで希釈しただけのもの(比較例1、2)、またB)成分として式

【化7】

これらの物性をしらべたところ、つぎの表3、4、5に示したとおりの結果が得られた。

【0026】

【表1】

実施例 No.	A) 成分	(g)	B) 成分	(g)
1	$n-\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	95	$\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O} - (\text{CH}_2)_3 - \text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	5
2	$n-\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	80	$\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O} - (\text{CH}_2)_3 - \text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	20
3	$n-\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	90	$\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O} - (\text{CH}_2)_3 - \text{Si}(\text{OCH}_3)_{2.0.5}$	10
4	$n-\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	80	$\text{HS}-(\text{CH}_2)_3 - \text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	20
5	$(\text{C}_{10}\text{H}_{21})_{0.5}(\text{CH}_3\text{O})_{2.17}\text{SiO}_{0.67}$	90	$\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O} - (\text{CH}_2)_3 - \text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	10
6	$(\text{C}_8\text{H}_{17})_{0.5}(\text{CH}_3\text{O})_{2.0}\text{SiO}_{0.75}$	90	$\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O} - (\text{CH}_2)_3 - \text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	10

【表2】

比較例 No.	A) 成分	(g)	B) 成分	(g)
1	$n-\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	100	—	—
2	$(\text{C}_{10}\text{H}_{21})_{0.5}(\text{CH}_3\text{O})_{2.17}\text{SiO}_{0.67}$	100	—	—
3	$n-\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	50	$\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O} - (\text{CH}_2)_3 - \text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	50
4	(無処理)	—	—	—

【表3】

項目 例No.	吸 水 率 (%)	耐アルカリ性 (%)	遮 塩 性 (mm)	耐 久 性 (吸収率%)	浸 透 深 さ (mm)
実施例-1	2.3	1.6	1以下	2.5	3.0
実施例-2	2.6	1.8	1以下	2.7	3.0
実施例-3	2.4	1.8	1以下	2.5	3.0
実施例-4	2.4	2.0	1以下	2.6	3.0
実施例-5	2.5	1.6	1以下	2.7	2.5
実施例-6	2.6	1.6	1以下	2.7	2.5
比較例-1	2.6	1.3	1以下	2.6	3.0
比較例-2	2.4	1.8	1以下	2.4	2.0
比較例-3	4.6	3.8	3	5.5	3.0
比較例-4	7.0	5.5	25	7.0	—

【表4】

仕上塗材 例No.	A		B		C		D	
	浸 水 前	浸 水 後	浸 水 前	浸 水 後	浸 水 前	浸 水 後	浸 水 前	浸 水 後
実施例-1	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-2	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-3	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-4	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-5	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-6	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
比較例-1	10/25	10/25	20/25	15/25	5/25	5/25	5/25	5/25
比較例-2	12/25	12/25	20/25	15/25	10/25	10/25	5/25	5/25
比較例-3	25/25	10/25	25/25	12/25	25/25	20/25	25/25	20/25
比較例-4	15/25	10/25	5/25	5/25	15/25	0/25	5/25	0/25

仕上塗材 A アクリルエマルジョン系塗料 「水性アクリルペイント」 (アトム化学塗料㈱)
 仕上塗材 B シリコンアクリル系塗料 「アレスシリコン」 (関西ペイント㈱)
 仕上塗材 C フッ素樹脂系塗料 「アレスフロン」 (関西ペイント㈱)
 仕上塗材 D フッ素樹脂系塗料 「Vフロン弾性」 (大日本塗料㈱)

【表5】

シーリング材 項目	ポリサルファイド系シーリング材						変成系シーリング材					
	M50 (kgf/cm)		Tmax (kgf/cm)		Emax (%)		M50 (kgf/cm)		Tmax (kgf/cm)		Emax (%)	
	初 期	浸水後	初 期	浸水後	初 期	浸水後	初 期	浸水後	初 期	浸水後	初 期	浸水後
実施例 1	1.8	1.8	5.0	5.0	630	790	2.2	2.5	6.2	6.8	650	650
実施例 2	1.8	1.8	5.2	5.0	650	800	2.2	2.6	6.4	6.7	670	680
実施例 3	1.8	1.9	4.8	4.9	630	800	2.1	2.3	6.2	6.5	630	655
実施例 4	1.9	1.9	5.5	5.5	655	830	2.1	2.3	6.1	6.5	610	630
実施例 5	1.7	1.7	5.0	5.0	630	790	2.3	2.5	6.2	6.4	650	655
実施例 6	1.7	1.8	5.1	5.0	640	800	2.2	2.4	6.3	6.6	650	660
比較例 1	1.5	1.7	4.3	4.3	610	740	1.8	2.0	4.7	5.2	560	555
比較例 2	1.5	1.6	4.2	3.8	615	730	1.8	1.8	5.9	4.6	640	560
比較例 3	1.8	1.6	5.2	3.5	650	600	2.2	1.8	6.5	5.0	700	615
比較例 4	1.5	1.7	4.0	3.3	575	555	1.6	1.9	4.7	4.2	435	270

(備考) ポリサルファイド系シーリング材: ハマタイトSC-500 [横浜ゴム特製商品名]
 変成系シーリング材: ハマタイトスーパーII [横浜ゴム特製商品名]
 (いずれもプライマーはハマタイトNo.40 [横浜ゴム特製商品名]を使用した)。

【0027】

【発明の効果】本発明は含浸性防水剤組成物に関するものであり、これは前記したように、A) 一般式(1)の $R^1_a Si(OR^2)_b(OH)_c O_{(4-a-b-c)/2}$ で示される有機けい素化合物70~99重量部と、B) 一般式(2)の $R^3 SiR^4_d(OR^5)_e(OH)_f O_{(3-d-e-f)/2}$ で示される有機けい素化合物(R^3 はエポキシ基またはメルカプト基を有する1価の有機基)

30~1重量部、を主剤としてなることを特徴とするものであるが、このものをこれを無機系材料に処理するとこのA)成分とB)成分との縮重合反応共重合シロキサンが形成されるので、これに防水性が付与されると共に、この共重合シロキサンはエポキシ基またはメルカプト基を含有しているので仕上げ塗料やシーリング剤と強固に接着するという有利性をもつものである。

【手続補正書】

【提出日】平成6年4月14日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】含浸性防水剤組成物

【特許請求の範囲】

【請求項1】A) 一般式 $R^1_a Si(OR^2)_b(OH)_c O_{(4-a-b-c)/2}$

(ここに R^1 は同一または異種の炭素数1~18の1価炭化水素基、 R^2 は同一または異種の炭素数1~4の1価炭化水素基、 a は $0 \leq a \leq 1.5$ 、 b は $1 \leq b \leq 3$ 、 c は $0 \leq c \leq 1$ で $1 < a+b+c \leq 4$)で示される有機けい素化合物70~99重量部、

B) 一般式 $R^3 SiR^4_d(OR^5)_e(OH)_f O_{(3-d-e-f)/2}$

(ここに R^3 はエポキシ基またはメルカプト基を有する1価の有機基、 R^4 、 R^5 は同一または異種の炭素数1~4の1価炭化水素基、 d は $0 \leq d \leq 2$ 、 e は $1 \leq e \leq 3$ 、 f は $0 \leq f \leq 1$ で $1 < d+e+f \leq 3$)で示される有機けい素化合物30~1重量部、を主剤としてなることを特徴とする含浸性防水剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は含浸性防水組成物、特に仕上げ塗材やシーリング材との接着性に優れていることから、コンクリート、モルタル、レンガ、タイルなどの処理用に有用とされる含浸性防水剤組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】含浸性防水組成物についてはオルガノアルキルアルコキシシランまたはその加水分解、あるいはこのシランと加水分解性シリル基を有する他の有機けい素化合物との共加水分解物を主剤とするものが知られて

いる（特開昭63-256581号、特開昭63-260879号、特開昭63-265885号各公報、西独特許第2,029,446号および第2,258,901号明細書、米国特許第4,433,013号および第4,455,172号明細書参照）。

【0003】この種の組成物は、コンクリート、モルタル、スレート、レンガ、タイル、瓦、石材、石膏などの無機系材料などをこれで処理すると、このものがこれら基材の細孔に含浸され、その細孔中で基材との結合を持ちながら、三次元化して耐久性のある防水層を形成するため、従来公知のエポキシ樹脂、アクリル樹脂、ウレタン樹脂などで作られた有機高分子系防水材料、またはメチルシリコネート水溶液系撥水材料にくらべて特に耐久性の優れたものとなることから、上記した無機系材料の防水処理剤として広く利用されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、このオルガノアルキルアルコキシシランまたはこれらの誘導体をベースとする含浸性防水剤は優れた特性を有するものの、これには仕上げ塗材を塗装する場合の仕上げ塗材との接着性が不十分であったり、シーリング材を施工する場合のシーリング材との接着強度が不十分であるという欠点があった。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明はこのような不利、欠点を解決した含浸性防水剤組成物に関するものであり、これはA)一般式(1)としての $R^1_a Si(O R^2)_b(OH)_c O_{(4-a-b-c)/2}$ （ここに R^1 は同一または異種の炭素数1~18の1価炭化水素基、 R^2 は同一または異種の炭素数1~4の1価炭化水素基、 a は $0.2 \leq a \leq 1.5$ 、 b は $1 \leq b \leq 3$ 、 c は $0 \leq c \leq 1$ で $1 < a+b+c \leq 4$ ）で示される有機けい素化合物70~99重量部と、B)一般式(2)としての $R^3 Si R^4_d (OR^5)_e (OH)_f O_{(3-d-e-f)/2}$ （ここに R^3 はエポキシ基またはメルカプト基を有する1価の有機基、 R^4 、 R^5 は同一または異種の炭素数1~4の1価炭化水素基、 d は $0 \leq d \leq 2$ 、 e は $1 \leq e \leq 3$ 、 f は $0 \leq f \leq 1$ で $1 < d+e+f \leq 3$ ）で示される有機けい素化合物30~1重量部、を主剤としてなることを特徴とするものである。

【0006】すなわち、本発明者らは仕上げ塗材やシーリング剤との接着性の優れている含浸性防水組成物を開発すべく種々検討した結果、これについてはこれを一般式(1)で示されるアルコキシシリル基および／またはシラノール基を有するA)成分としての有機けい素化合物と、一般式(2)で示されるエポキシ基またはメルカプト基とアルコキシシリル基および／またはシラノール基を有するB)成分としての有機けい素化合物とからなるものとする、これらの各基が縮重合して共重合シロキサンを形成するので、これによればこの共重合シロキ

サンが無機系材料に固定されるのでこれに防水性が付与されると共に、この共重合シロキサンがエポキシ基またはメルカプト基を保持しているのが仕上げ塗料やシーリング剤と強固に接着することを見出し、このA)、B)成分の構成、これらの配合比などについての研究を進めて本発明を完成させた。以下にこれをさらに詳述する。

【0007】

【作用】本発明は含浸性防水剤組成物に関するものであり、これは前記したA)一般式(1)で示される有機けい素化合物70~99重量部とB)一般式(2)で示される有機けい素化合物30~1重量部とを主剤としてなることを特徴とするものであるが、このものはこれで無機系材料の表面を処理するとこのA)、B)成分が反応してエポキシ基またはメルカプト基を含有する共重合シロキサンが形成されるので、これによって防水性が付与されると共に、これがエポキシ基またはメルカプト基を含有しているのが仕上げ塗料、シーリング剤と強固に接着するという有利性が与えられる。

【0008】本発明の含浸性防水剤組成物は前記したA)一般式(1)で示される有機けい素化合物とB)一般式(2)で示される有機けい素化合物とからなるものとされる。この含浸性防水剤組成物を構成するA)成分としての有機けい素化合物は一般式(1)としての $R^1_a Si(O R^2)_b(OH)_c O_{(4-a-b-c)/2}$ で示されるものであり、 R^1 が同一または異種の炭素数1~18の1価炭化水素基、特に炭素数が4~14の1価炭化水素基とすることが好ましいとされることから、 n -ブチル基、 s -ブチル基、イソブチル基、 n -ペンチル基、 n -ヘキシル基、シクロヘキシル基、 n -オクチル基、2-エチルヘキシル基、 n -デシル基、 n -ドデシル基、 n -テトラデシル基で例示されるものとされる基、 R^2 はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などから選択される炭素数1~4の1価炭化水素基からなるものである。

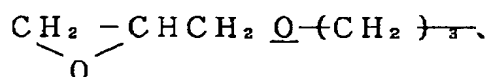
【0009】また、この a はけい素原子に結合した炭化水素基の量を示すもので、0.2未満ではこの組成物の含浸性が低下し、1.5を越えるとこの組成物の耐久性が低下することから $0.2 \leq a \leq 1.5$ とされる数、 b はけい素原子に結合したアルコキシ基の量を示すもので、1未満ではこの組成物の耐久性が低下することから $1 \leq b \leq 3$ とされる数、 c はけい素原子に結合した水酸基の量を示すもので、1を越えるとこの化合物の安定性が低下することから $0 \leq c \leq 1$ とされる数とされるものである。

【0010】なお、このA)成分としての有機けい素化合物はモノマー（単量体）であってもポリマー状のオルガノポリシロキサンであってもよいが、このものは分子量が2,000を越えると基体への含浸性が低下するようになるので分子量が2,000以下のものとするこ

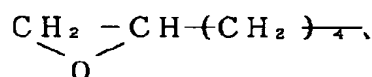
がよく、これは単一物でも2種以上の混合物であってもよい。

【0011】つぎに本発明の含浸性防水剤組成物を構成するB)成分としての有機けい素化合物は一般式(2)としての $R^3SiR^4d(OR^5)_e(OH)_fO_{(3-d-e-f)/2}$ で示されるものであり、この R^3 は式

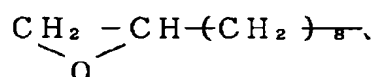
【化1】



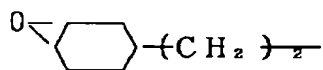
【化2】



【化3】



【化4】



などで示されるエポキシ基を含有する1価の有機基、または $HS - (CH_2)_3 -$ 、 $HS - (CH_2)_{10} -$ などのメルカプト基を含有する1価の有機基、 R^4 、 R^5 は同一または異種の R^2 と同じく炭素数1~4の1価炭化水素基である。

【0012】また、この d はけい素原子に結合した炭化水素基の量を示すもので、2を越えると接着性が低下することから $0 \leq d \leq 2$ とされる数、 e はけい素原子に結合したアルコキシ基の量を示すもので、1未満ではこの組成物の接着性が低下することから $1 \leq e \leq 3$ とされる数、 f はけい素原子に結合した水酸基の量を示すもので、1を越えるとこの化合物の安定性が低下することから $0 \leq f \leq 1$ とされる数とされるものである。

【0013】なお、このB)成分としての有機けい素化合物はモノマー(単量体)であってもポリマー状のオルガノポリシロキサンであってもよいが、このものは分子量が2,000を越えると基体への含浸性が低下するようになるので分子量が2,000以下のものとするのがよく、これは単一物でも2種以上の混合物であってもよい。

【0014】このB)成分の添加量は前記したA)成分としての有機けい素化合物70~99重量部に対して1重量部未満では少量にすぎず目的とする接着性の向上効

果が得られず、30重量部より多くしてもそれ以上の接着性の向上が見られないばかりか、この組成物によって作られる被膜の耐水性が低下し、被処理物の防水性、耐久性が低下するので、これは30~1重量部の範囲とすることが必要とされる。

【0015】本発明の含浸性防水剤組成物は上記したA)成分とB)成分の所定量を均一に混合することによって得ることができるが、これには溶媒を添加することがよく、この溶媒としてはメタノール、エタノール、イソプロパノール、 n -ブタノール、 s -ブタノールなどのアルコール類、 n -ヘキサン、シクロヘキサン、 n -オクタンなどの脂肪族炭化水素、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン類、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸ブチルなどのエステル類、ケロシン、石油エーテル、リグロイン、ソルベントナフサ、灯油などの多成分混合溶媒などからなる有機溶媒および水などが例示されるが、これは2種以上の混合系で用いてもよい。

【0016】本発明の含浸性防水剤組成物はセメントコンクリート、モルタル、ブロック、スレート、レンガ、タイル、瓦、石材、石膏などの無機系材料の防水工事に有用とされるが、この施工はこの組成物を被処理物の表面に刷毛塗り、ローラー塗り、流し塗り、浸漬塗りするかスプレー塗布すればよいが、この塗布量は被処理物1 m^2 当りこの組成物を1~1,000g、好ましくは10~200g含浸処理すればよい。

【0017】このように処理すればこの組成物を構成するA)成分が有機けい素化合物のモノマーまたは低重合度のポリマーからなるもので表面張力の低いものであることから、このものが被処理物の細孔に容易に浸透し、このアルコキシシリル基の加水分解縮重合で防水性、耐久性のすぐれたオルガノシロキサンポリマーとなり、またこのアルコキシシリル基の一部が細孔中の表面に存在する $M-OH$ 基(M は金属原子)と化学的に結合するためにさらにこの耐久性が改善され、さらにはこのB)成分中のエポキシ基またはメルカプト基によって仕上げ塗料やシーリング材との接着性が向上するという有利性が与えられる。

【0018】なお、この組成物を製造する際、前記した一般式(1)、(2)で示される有機けい素化合物は本質的に水に溶解しないので、この水溶液または水への分散液を調製するためには界面活性剤、加水分解触媒を添加することがよいが、この組成物に着色剤、安定剤、充填剤などを添加することは任意とされる。また、本発明の組成物についてはその安定性を損なわない範囲においてアルコキシシリル基またはシラノール基の硬化触媒、例えば有機酸金属塩、金属アルコキシド、金属キレート、有機アミン、第4級アンモニウム塩などを添加してもよく、これによれば被処理物の細孔中におけるこの組

成物の加水分解、縮重合反応が促進されるという効果が与えられる。

【0019】

【実施例】つぎに本発明の実施例、比較例をあげるが、例中における被処理物の物性はつぎの方法による測定値を示したものである。

(吸水率) JISモルタル(5×5×2.5cm)の全面に、含浸性防水剤組成物を有効成分量で100g/m²刷毛塗りし、25℃、50%RHの雰囲気下に7日間養生したのち、水道水中に28日間全面浸漬させ、つぎの式で算出した。

$$\text{吸水率 (\%)} = \frac{(\text{吸水後のモルタル重量}) - (\text{処理前のモルタル重量})}{(\text{処理前のモルタル重量})} \times 100$$

【0020】(耐アルカリ性) 吸水率テストと同様の方法で調製したモルタル試験片を5%の水酸化ナトリウム水溶液中に7日間全面浸漬させ、つぎの式で算出した。

$$\text{耐アルカリ性 (\%)} = \frac{(\text{アルカリ浸漬後のモルタル重量}) - (\text{処理前のモルタル重量})}{(\text{処理前のモルタル重量})} \times 100$$

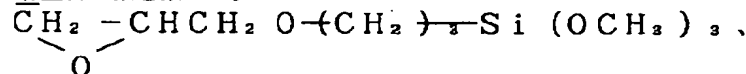
(遮塩性) (塩素イオン浸透深さ)

吸水率テストと同じ方法で調製したモルタル試験片を3%の食塩水中に28日間全面浸漬させたのち、取出し、割裂させた断面についてフルオレッセイン呈色反応を行なって塩素イオンの浸透深さを測定した。

【0021】(耐久性) 吸水率テストと同じ方法で調製したモルタル試験片をサンシャインウエザーメーター(スガ試験機製)中に1,000時間曝露させ、つづいて水道水中に28日間全面浸漬させた後の吸水率を上記した吸水率と同じ式を用いて算出した。

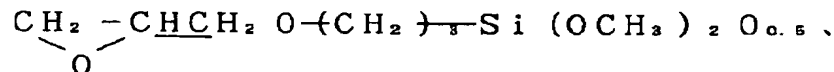
(浸透深さ) 吸水率テストと同じ方法で調製したモルタル試験片を割裂させ、断面に水をかけて撥水層部分の厚みを測定した。

【0022】(仕上げ塗材との接着性) JISモルタル(5×5×2.5cm)の片面(5×5cm)に含浸性防水剤組成物を有効成分量で100g/m²刷毛塗りし、25℃、50%RHの雰囲気下に1日養生したのち、各種仕上塗材を塗布し、7日間乾燥養生を行なったものと、さらに7日間水道水中に浸漬処理を行なった後1日乾燥したものの、2種類の試験体を作成したのち、この試験体の塗装面にカッターガイドを当てカッターナイフで2mm間隔の縦横6本ずつの線をモルタル面に達するまで引いて25個の基盤目を作り、セロテープ(ニチバン製)を指で強く押し付け、真上方向に強く引きはがし、はがれずに残った基盤目の数を数えた。



で示されるエポキシ基含有アルコキシシラン、式

【化6】



で示されるエポキシ基含有アルコキシシロキサンを、ま

【0023】(シーリング材との接着性) 吸水率テストと同じ方法で調製したモルタル試験片の片面(5×5cm)にプライマーを塗布し、室温にて1時間乾燥した。次にJISA5758引張吸着性試験2型と同様に2枚の試験片の間にシーリング材を充填し、前養生(20℃、55%RH7日間)及び後養生(50℃、7日間)を行なって試験体を作成し、ついでこの試験体を用い下記の装置、条件で引張試験を行なった。

装 置: (株)東洋精機製作所 ストローグラフ R-3

引張速度: 50mm/分

また、耐水性をテストするために上記後養生を行なった後に50℃の温水に7日間浸漬した後の引張試験も行なった。

【0024】実施例1~6

A) 成分の有機けい素化合物として式n-C₁₀H₂₁Si(OCH₃)₃で示されるアルキルアルコキシシランおよび式(C₁₀H₂₁)_{0.5}(CH₃)_{2.17}SiO_{0.67}または(C₈H₁₇)_{0.5}(CH₃)_{3.0}SiO_{0.75}で示されるアルキルアルコキシシロキサンを使用し、またB) 成分の有機けい素化合物として式

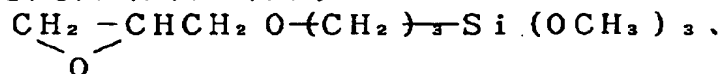
【化5】

た式HS-(CH₂)₃-Si(OCH₃)₃で示され

るメルカプト基含有アルコキシシランを使用することとし、これらを第1表に示した量で混合し、これにイソプロパノール300gを添加して含浸性防水剤を作り、その物性をしらべたところ、後記する表3、4、5に示したとおりの結果が得られた。

【0025】比較例1~4

A) 成分の有機けい素化合物として式 $n-C_{10}H_{21}Si(OCH_3)_3$ で示されるアルキルアルコキシシラ



で示されるエポキシ基含有アルコキシシランを添加したが、この配合量がA)成分50重量部に対し、B)成分が50重量部と多いもの(比較例3)、さらにこのA)、B)両成分を全く添加しないもの(比較例4)を作り、これらの物性をしらべたところ、つぎの表3、

ンまたは式 $(C_{10}H_{21})_{0.5}(CH_3O)$

2.17SiO_{0.67}で示されるアルキルアルコキシシロキサンを使用した、第2表に示したようにB)成分を添加せず、イソプロパノール300gで希釈しただけのもの(比較例1、2)、またB)成分として式

【化7】

4、5に示したとおりの結果が得られた。

【0026】

【表1】

実施例 No.	A) 成分	(g)	B) 成分	(g)
1	$n-C_{10}H_{21}Si(OCH_3)_3$	95	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \end{array}$	5
2	$n-C_{10}H_{21}Si(OCH_3)_3$	80	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \end{array}$	20
3	$n-C_{10}H_{21}Si(OCH_3)_3$	90	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OCH}_3)_{2.0} \text{O}_{0.5} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \end{array}$	10
4	$n-C_{10}H_{21}Si(OCH_3)_3$	80	$\text{HS}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	20
5	$(C_{10}H_{21})_{0.5}(CH_3O)_{2.17}SiO_{0.67}$	90	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \end{array}$	10
6	$(C_8H_{17})_{0.5}(CH_3O)_{2.0}SiO_{0.75}$	90	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \end{array}$	10

【表2】

比較例 No.	A) 成分	(g)	B) 成分	(g)
1	$n-C_{10}H_{21}Si(OCH_3)_3$	100	—	—
2	$(C_{10}H_{21})_{0.5}(CH_3O)_{2.17}SiO_{0.67}$	100	—	—
3	$n-C_{10}H_{21}Si(OCH_3)_3$	50	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \end{array}$	50
4	(無処理)	—	—	—

【表3】

項目 例No.	吸 水 率 (%)	耐アルカリ性 (%)	遮 塩 性 (mm)	耐 久 性 (吸水率%)	浸 透 深 さ (mm)
実施例-1	2.3	1.6	1以下	2.5	3.0
実施例-2	2.6	1.8	1以下	2.7	3.0
実施例-3	2.4	1.8	1以下	2.5	3.0
実施例-4	2.4	2.0	1以下	2.6	3.0
実施例-5	2.5	1.6	1以下	2.7	2.5
実施例-6	2.6	1.6	1以下	2.7	2.5
比較例-1	2.6	1.3	1以下	2.6	3.0
比較例-2	2.4	1.8	1以下	2.4	2.0
比較例-3	4.6	3.8	3	5.5	3.0
比較例-4	7.0	5.5	25	7.0	—

【表4】

仕上塗材 例No.	A		B		C		D	
	浸 水 前	浸 水 後	浸 水 前	浸 水 後	浸 水 前	浸 水 後	浸 水 前	浸 水 後
実施例-1	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-2	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-3	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-4	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-5	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
実施例-6	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25	25/25
比較例-1	10/25	10/25	20/25	15/25	5/25	5/25	5/25	5/25
比較例-2	12/25	12/25	20/25	15/25	10/25	10/25	5/25	5/25
比較例-3	25/25	10/25	25/25	12/25	25/25	20/25	25/25	20/25
比較例-4	15/25	10/25	5/25	5/25	15/25	0/25	5/25	0/25

仕上塗材A アクリルエマルジョン系塗料 「水性アクリルペイント」(アトム化学塗料㈱)
 仕上塗材B シリコンアクリル系塗料 「アレスシリコン」(関西ペイント㈱)
 仕上塗材C フッ素樹脂系塗料 「アレスフロン」(関西ペイント㈱)
 仕上塗材D フッ素樹脂系塗料 「Vフロン弾性」(大日本塗料㈱)

【表5】

シーリング材 項目 例No	ポリサルファイド系シーリング材						変成系シーリング材					
	M50 (kgf/cm ²)		Tmax (kgf/cm)		Emax (%)		M50 (kgf/cm ²)		Tmax (kgf/cm)		Emax (%)	
	初 期	浸水後	初 期	浸水後	初 期	浸水後	初 期	浸水後	初 期	浸水後	初 期	浸水後
実施例 1	1.8	1.8	5.0	5.0	630	790	2.2	2.5	6.2	6.8	650	650
実施例 2	1.8	1.8	5.2	5.0	650	800	2.2	2.6	6.4	6.7	670	680
実施例 3	1.8	1.9	4.8	4.9	630	800	2.1	2.3	6.2	6.5	630	655
実施例 4	1.9	1.9	5.5	5.5	655	830	2.1	2.3	6.1	6.5	610	630
実施例 5	1.7	1.7	5.0	5.0	630	790	2.3	2.5	6.2	6.4	650	655
実施例 6	1.7	1.8	5.1	5.0	640	800	2.2	2.4	6.3	6.6	650	660
比較例 1	1.5	1.7	4.3	4.3	610	740	1.8	2.0	4.7	5.2	560	555
比較例 2	1.5	1.6	4.2	3.8	615	730	1.8	1.8	5.9	4.6	640	560
比較例 3	1.8	1.6	5.2	3.5	650	600	2.2	1.8	6.5	5.0	700	615
比較例 4	1.5	1.7	4.0	3.3	575	555	1.8	1.9	4.7	4.2	435	270

(備考) ポリサルファイド系シーリング材: ハマタイトSC-500 [横浜ゴム製商品名]

変成系シーリング材: ハマタイトスーパーII [横浜ゴム製商品名]

(いずれもプライマーはハマタイトNo40 [横浜ゴム製商品名]を使用した)。

【0027】

【発明の効果】本発明は含浸性防水剤組成物に関するものであり、これは前記したように、A) 一般式(1)の

$R^1_a Si(OR^2)_b(OH)_c O$
 $(4-a-b-c)/2$ で示される有機けい素化合物70~99重量部と、B) 一般式(2)の $R^3 SiR^4_d$
 $(OR^5)_e(OH)_f O$ $(3-d-e-f)/2$ で示される有機けい素化合物(R^3 はエポキシ基またはメル

カプト基を有する1価の有機基)30~1重量部、を主剤としてなることを特徴とするものであるが、このものをこれを無機系材料に処理するとこのA)成分とB)成分との縮重合反応共重合シロキサンが形成されるので、これに防水性が付与されると共に、この共重合シロキサンはエポキシ基またはメルカプト基を含有しているので仕上り塗料やシーリング剤と強固に接着するという有利性をもつものである。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 5

C09K 3/18

識別記号

104

庁内整理番号

8318-4H

F I

技術表示箇所

(72)発明者 一戸 省二

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
 信越化学工業株式会社シリコン電子材料
 技術研究所内